

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-10104

(43)公開日 平成10年(1998)1月16日

(51)Int.Cl.⁶

G 0 1 N 30/18

識別記号

片内整理番号

F I

G 0 1 N 30/18

技術表示箇所

H

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平8-186660

(22)出願日 平成8年(1996)6月26日

(71)出願人 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

(71)出願人 000003207

トヨタ自動車株式会社

愛知県豊田市トヨタ町1番地

(72)発明者 瀧井 忠興

東京都千代田区神田錦町1丁目3番地 株

式会社島津製作所東京支社内

(72)発明者 上原 隆史

愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動

車株式会社内

(74)代理人 弁理士 小林 良平

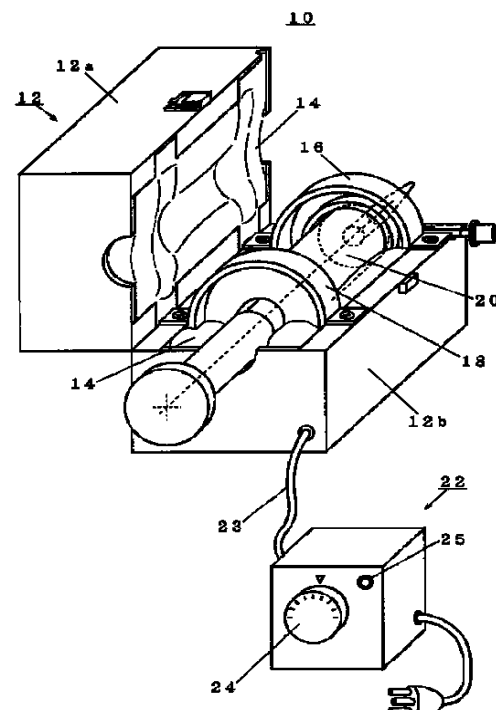
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 シリンジ計量器

(57)【要約】

【課題】 キシレン等の高沸点成分を含むガス状試料を分取して移送する場合でも、その成分がシリンジ内面に吸着する等の現象が生じることがないようにシリンジ計量器を提供する。

【解決手段】 コックを有するシリンジ20を、断熱材14を内部に有する本体ケース12の内部に固定金具16及び18で固定する。使用の際は、断熱材14内に設けられたヒータの温度を温度調節器22で上昇させ、シリンジ20を十分に加温した状態でガス状試料の分取及び移送を行なう。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 a)ガスを吸入及び排出するためのプランジャと、ガスを内部に密封するためのコックとを有するシリンジと、
b)両端に開口を有する本体ケースと、
c)上記シリンジを本体ケースの内部で固定するための固定手段と、
d)上記シリンジが本体ケースの内部に固定された状態で該シリンジのコックを本体ケースの外部から操作するためのコック操作手段と、
e)本体ケース内部に固定されたシリンジを加温するために本体ケース内部に設けられた加温手段と、
f)上記本体ケース内部に充填された断熱材と、を備えることを特徴とするシリンジ計量器。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ガスクロマトグラフ分析に用いられるシリンジ計量器に関する。

【0002】

【従来の技術】ガスクロマトグラフ（以下、「GC」とする）を用いた分析においては、ガス状試料をGC内へ注入するために、一般にガスタイトシリンジ等のシリンジ計量器が用いられる。例えば、自動車の排ガスをGCにより分析する場合は、まず分析しようとする排ガスを適宜容器又は袋等に採取して密封し、その一部をシリンジで分取し、GCの試料注入口から内部へ注入する。

【0003】排ガスには、硫黄酸化物（SO_x）や窒素酸化物（NO_x）等の成分の他、ベンゼン、トルエン、キシレン、デカン、ドデカン等の炭化水素化合物も含有されている。これらの炭化水素化合物の中には沸点が100℃を超えるようなものも多く、上記の例でいえば、トルエンの沸点が約110℃、キシレンの沸点が約140℃、デカンが約170℃、ドデカンが約210℃等となっており、一般に、炭素数が大きくなるほど炭化水素化合物の沸点は高くなる。このような高沸点成分を含有するガス状試料を分析しようとする場合、採取されたガス状試料をその温度が充分高い間に保温容器に封入し、シリンジを用いてガス状試料の一部を分取し、GCに注入する、という手順を踏むが、もしも分取してから注入するまでの移送の間におけるシリンジ内の温度が十分高くなければ、移送中に高沸点成分の一部がシリンジの内面等に吸着し、その結果、該成分については正しい定量結果が得られなくなる。更に、もし高沸点成分の大部分がシリンジ内に残留してしまうと、その成分のうちGCに注入される分量が検出器の検出限界を下回り、定性分析においても正しい結果が得られなくなるという事態が生じる。

【0004】一方、従来より、移送中にシリンジを加温する機能を備えた試料注入装置は知られている。その一つがヘッドスペースサンプラーである。ヘッドスペース

サンプラーにおいては、固体試料又は液体試料を収容した容器を加熱して該容器中に上記試料の気-固又は気-液相平衡状態を作り出し、容器上部の気相空間（ヘッドスペース）に溜まったガス状試料をシリンジで分取して、GCの試料注入口まで移送し、注入する。このとき、もし移送中にシリンジ中のガス状試料の温度が低下すると、該ガス状試料の一部又は全部がシリンジ内に吸着してしまう。このような事態を防止するために、上記ヘッドスペースサンプラーはシリンジの温度を一定に保つ加温手段を備えており、これにより、移送中にガス状試料の温度が低下して高沸点成分がシリンジ内面等に吸着するという現象が防止されるようになっている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】上記ヘッドスペースサンプラーが備える保温機能付きシリンジは、ヘッドスペースサンプラーに組み込まれた形でのみ使用可能なものであり、シリンジだけを独立させ、他のGCと組み合わせることはできない。

【0006】また、同シリンジはコック等の密封手段を備えておらず、単にガス状試料を吸引及び吐出する機能を有するのみである。このようなシリンジは、ガス状試料を分取してから注入するまでの移送にかかる時間が十分短く、従って、移送中にシリンジ内のガス状試料がニードル等を通じて外部へ漏れたり、あるいは逆に外気がシリンジ内へ侵入したりすることにより、分析結果が影響を受ける程度が極めて小さい、という特殊な条件下でのみ使用可能なものであるため、より一般的な分析環境での使用には適していない。もちろん、コックを備えるシリンジ自体は従来より知られているが、このようなシリンジをヘッドスペースサンプラー等の、シリンジを保温する機能を備える装置に応用した例は知られていない。

【0007】本発明はこのような問題を解決するためになされたものであり、その目的とするところは、トルエンやキシレン、デカン等の高沸点成分を含むガス状試料を分取して移送し、GCへ注入する場合でも、該高沸点成分がシリンジ内面に吸着する等の現象が生じることがなく、更に、通常の試料注入口を有するいずれのGCにも使用することができるようなシリンジ計量器を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために成された本発明に係るシリンジ計量器は、

a)ガスを吸入及び排出するためのプランジャと、ガスを内部に密封するためのコックとを有するシリンジと、
b)両端に開口を有する本体ケースと、
c)上記シリンジを本体ケースの内部で固定するための固定手段と、
d)上記シリンジが本体ケースの内部に固定された状態で該シリンジのコックを本体ケースの外部から操作するた

めのコック操作手段と、

e) 本体ケース内部に固定されたシリンジを加温するために本体ケース内部に設けられた加温手段と、

f) 上記本体ケース内部に充填された断熱材と、を備えることを特徴としている。

【0009】

【発明の実施の形態】断熱材が充填された本体ケース内部に、所定の固定手段によりシリンジが固定される。このシリンジの先端は本体ケースの一端の開口から、またプランジャの後端は本体ケースの他端の開口から、それぞれ本体ケースの外部へ出るようになっている。また、上記シリンジはその先端にコックを有しており、このコックに取り付けられたコック操作手段により、本体ケースの外部からでもコックの操作ができるようになっている。一方、本体ケースの内部（好ましくは断熱材の内部）にはシリンジを加温するための加温手段が設けられている。

【0010】上記シリンジ計量器によりガス状試料を分取するために、まず、加温手段によりシリンジの温度を上昇させる。シリンジが充分加温されたら、コック操作手段によりシリンジのコックを開き、シリンジの先端部にニードルを装着し、別途採取したガス状試料を封入した適宜容器からシリンジ内へガス状試料を吸入する。必要量のガス状試料が吸入されたら、コック操作手段によりコックを閉じて、上記ニードルをGCの試料注入口に差し込み、ガス状試料を注入する。上記工程を通して上記シリンジは常に加温手段により加温された状態にしておく。

【0011】

【発明の効果】本発明によるシリンジ計量器によれば、シリンジ内の温度を所定の温度に保持した状態でガス状試料を移送することができるため、トルエンやキシレン、デカン等の高沸点成分を含むガス状試料を分取してGCに注入する場合においても、該高沸点成分がシリンジ内に吸着する等の現象を防止することができる。また、本発明によるシリンジ計量器は、加温機能の他、ガス状試料を内部に密封するためのコックを備えているため、ガス状試料を分取してからGCの試料注入口まで移送する時間が比較的長い場合でも、シリンジ内からのガス状試料の漏出やシリンジ内への外気の侵入は生じない。以上のような本発明のシリンジ計量器によれば、通常の試料注入口を有する従来のGCを用いて、従来よりも高い沸点を有する成分を含むガス状試料を分析することができるようになる。

【0012】

【実施例】本発明に係るシリンジ計量器の一実施例を図面を参照しながら説明する。

【0013】図1は本実施例のシリンジ計量器10の斜視図である。図に示した本体ケース12は、図示せぬ蝶番により各々の1辺において結合された上部ケース12

a及び下部ケース12bからなる。上部ケース12aはその両端面の下部に半円状の切り込みを有している一方、下部ケース12bはその両端面の上部に半円状の切り込みを有している。これらの半円状の切り込みは、本体ケース12が閉じられたときに、本体ケース12の両端面において円形の開口を構成するようになっている。上部ケース12a及び下部ケース12bの内部には、例えばグラスウール等のような、100℃を超える高温下でも使用可能な断熱材14が充填されている。

【0014】上記本体ケース12においては、後述する固定金具16及び18を介してシリンジ20が下部ケース12bに固定される。その後、本体ケース12を閉じると、シリンジ20が上部ケース12a及び下部ケース12bに挟み込まれ、その結果、断熱材14によりシリンジ20が包み込まれるような形になる。

【0015】図2は、閉じた状態での本体ケース12の断面図である。上部ケース12a及び下部ケース12bの断熱材14の内部にはそれぞれヒータ26が埋め込まれており、本体ケース12を閉じたときには、これらヒータ26がシリンジ20の近くでこれを取り巻くように位置する。

【0016】図1の温度調節器22は上記ヒータ26の温度を調節するためのものである。この温度調節器22はコード23により上記ヒータ26と接続されており、温度調節ツマミ24を操作することによりヒータ26の温度を所望の値に設定することができる。ヒータ26が通電状態のときには、ランプ25が点灯するため、使用者はヒータ26の通電状態を容易に確認することができる。なお、温度調節をより確実するために、シリンジ20の外表面の温度をモニタするための温度センサと、この温度センサの出力信号に基づいて温度調節を行なう制御装置を設けるようにしてもよい。

【0017】図3は下部ケース12bにシリンジ20を固定した様子を示す平面図である。まず、シリンジ20の構成について述べる。シリンジ20はその先端部28にコック29を備えており、シリンジ20内へガス状試料を吸引した直後にこのコック29を閉めると、シリンジ20内のガス状試料の漏出やシリンジ20内への外気の侵入を防止できる。このコック29のツマミ30にはコック延長ロッド31が取り付けられており、これにより、本体ケース12を閉じた状態でも外部からコック29の操作をすることができる。

【0018】シリンジ20に挿入されるプランジャは、プランジャロッド32及びプランジャチップ33からなる。このプランジャをシリンジ20に挿入すると、プランジャロッド32の先端に取り付けられたプランジャチップ33がシリンジ20の内壁に密着するため、ガス状試料の吸引及び注入を確実に行なうことができるとともに、シリンジ20内のガス状試料の漏出やシリンジ20内への外気の侵入も防止される。一方、プランジャロッ

ド32の後端にはプランジャ延長ロッド41が取り付けられており、本体ケース12を閉じた状態においてもプランジャロッド32を容易に操作できる。もちろん、本体ケース12を閉じた状態でも容易に操作ができる程度の長さを有するプランジャを別途製作して用いてもよい。

【0019】上記シリンジ20において、シリンジ20の本体はガラス等により形成する。一方、プランジャチップ33は、シリンジ20の内面に確実に密着することにより高い気密性を達成するという条件と、高温によりプランジャチップ33の素材成分が熱分解してガス状試料中へ混入するという事態を防止するという条件を満たす必要がある。これら気密性及び熱安定性の条件は、ニードル等が装着されるシリンジの先端部28にも同様に当てはまる。そこで、本実施例では上記各部がテフロンからなるシリンジ及びプランジャを使用した。このようなシリンジ及びプランジャを用いることにより、150℃を超えるような高沸点を有する成分についても正しい測定結果を得ることができた。もちろん、テフロンよりも更に熱的に安定であり、しかも強度や加工性に優れた素材により上記各部を形成すれば、本発明のシリンジ計量器を使用することができる沸点の上限を更に高めることができる。

【0020】上記シリンジ20は、図3に示したように、固定金具16及び18により下部ケース12bに固定される。これらの固定金具16及び18について、図4を参照しながら説明する。

【0021】図4(a)はシリンジ20の前部を固定するための固定金具16の正面図であり、図4(c)は固定金具16を図4(a)のC-C線で切断した図である。固定金具16は周縁にフランジ35を有する円板状の金具であり、フランジ35よりも内側にはシリンジ保持リング36を、更にその内側には開口37を有している。シリンジ20の前部をシリンジ保持リング36にはめ込むと、シリンジ20の先端部28が開口37を通過して外へ出るようになっている(図3参照)。シリンジ保持リング36の内径はシリンジ20前部の直径d1とほぼ等しくなっており(図3参照)、これにより、シリンジ計量器10を使用する際にシリンジ20前部の位置にズレが生じることが防止されている。

【0022】一方、図4(b)はシリンジ20の後部を固定するための固定金具18の正面図であり、図4(d)は固定金具18を図4(b)のD-D線で切断した図である。固定金具18は周縁にフランジ38を有する円板状の金具であり、フランジ38よりも内側にはシリンジ保持リング39を、更にその内側には開口40を有している。この固定金具18をシリンジ20の後部に取り付ける手順を、図3、図4(b)及び(d)を参照しながら説明する。まずシリンジ20にプランジャロッド32を挿入し、次にプランジャロッド32を上記開口

40に通した上で、シリンジ保持リング39にシリンジ20の後部をはめ込む。シリンジ保持リング39の内径は、シリンジ20後部の直径d2とほぼ等しくなっており、これにより、シリンジ20後部の位置にズレが生じることが防止されている。また、開口40の口径はプランジャロッド32の直径d3とほぼ等しくなっており、これにより、プランジャロッド32を操作する際にその中心軸がシリンジ20の中心軸の回りにおれることが防止されている。更に、開口40の口径はプランジャチップ33の直径d4よりも小さくなっているため、ガス状試料の吸引中に誤ってプランジャロッド32をシリンジ20から引き抜いてしまうという事態も生じない。

【0023】上記固定金具16及び18は、図3に示すように、ネジ穴が形成されたツメ34をその両端に有しており、このツメ34が下部ケース12bの上面の両側縁13にネジ止めされる。なお、固定金具16及び18は周縁部に形成されたフランジ35及び38により高い強度を与えられているため、試料の吸引又は注入のためにプランジャロッド32を操作する際の負荷により固定金具16又は18の形状が歪んでシリンジ20の位置がずれるという事態は生じない。

【0024】以上のような構成を有するシリンジ計量器10の使用法について図5を参照しながら説明する。図5は、保温容器44に封入されたガス状試料を本実施例のシリンジ計量器10により分取するときの様子を示す図である。まず、シリンジ計量器10の準備として、本体ケース12にシリンジ20を固定し、シリンジ20の先端部28にニードル42を装着し、温度調節器22の電源を入れ、ヒータ26の温度を、分析の目的に応じた温度に設定する。この設定温度は分析しようとする成分の標準状態における沸点等に基づいて決定されるが、目的成分の濃度が低い場合(例えばppmオーダー)には、上記沸点より低い温度下であっても目的成分が分析可能な程度に気化するため、上記温度を上記沸点よりも低い値に設定することが可能である。こうしてシリンジ20が充分加温されたら、コック延長ロッド31を操作してシリンジ20のコック29を開き、別途採取されたガス状試料を封入した保温容器44のセパラム45にニードル42を差し込み、プランジャ延長ロッド41を引いてガス状試料を吸入する。必要量のガス状試料がシリンジ20内へ吸入されたら、コック延長ロッド31を操作してシリンジ20のコック29を閉じ、セパラム45からニードル42を引き抜き、シリンジ計量器10を図示せぬGCまでそのまま移動させ、ニードル42をGCの試料注入口へ差し込む。そして、コック延長ロッド31を操作してシリンジ20のコック29を開き、プランジャ延長ロッド41を押してガス状試料をGC内へ注入する。以上の工程を通じてシリンジ20の温度はヒータ26により充分高い温度に維持されているため、分析の目的成分がシリンジ20の内面などに吸着する等の現象

は生じない。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明に係るシリンジ計量器の一実施例の斜視図。

【図2】 閉じた状態での本体ケースの断面図。

【図3】 下部ケースにシリンジを固定した様子を示す平面図。

【図4】 (a) 固定金具16の正面図、(b) 固定金具18の正面図、(c) 固定金具16を図4(a)のC-C線で切断した図、及び、(d) 固定金具18を図4(b)のD-D線で切断した図。

【図5】 保温容器に封入されたガス状試料を本実施例のシリンジ計量器により分取するときの様子を示す図。

【符号の説明】

10…シリンジ計量器

12…本体ケース

12a…上部ケース

12b…下部ケース

14…断熱材

16、18…固定金具

20…シリンジ

22…温度調節器

26…ヒータ

28…シリンジ先端部

29…コック

31…コック延長ロッド

32…プランジャロッド

33…プランジャチップ

36、39…シリンジ保持リング

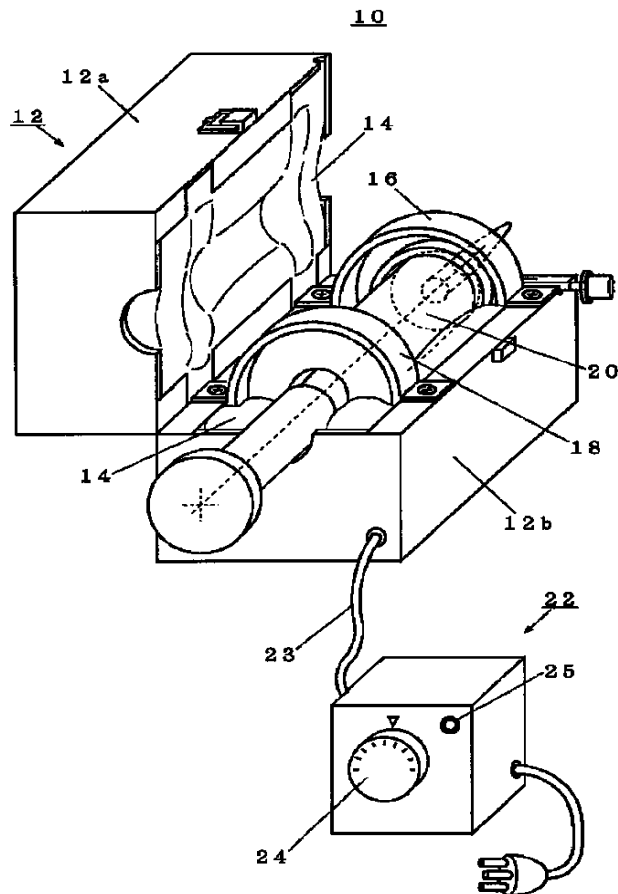
37、40…開口

41…プランジャ延長ロッド

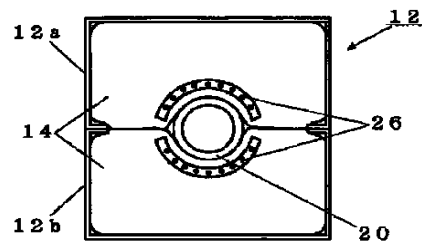
42…ニードル

44…保温容器

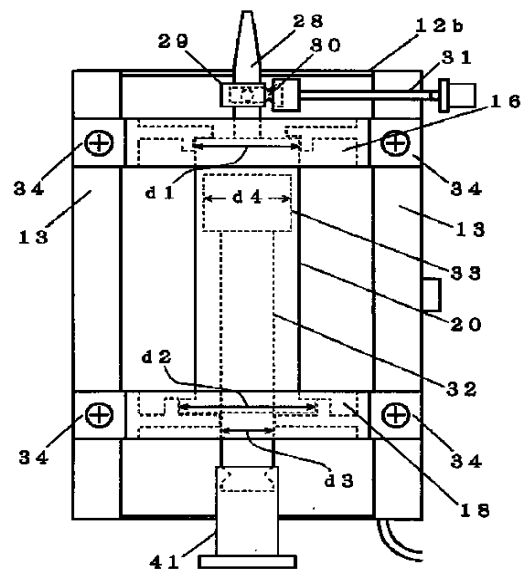
【図1】



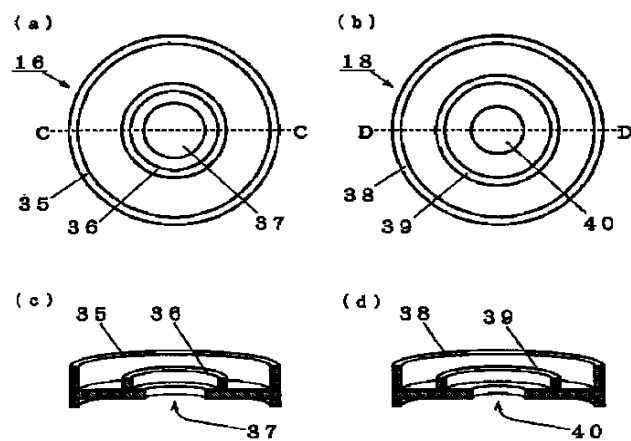
【図2】



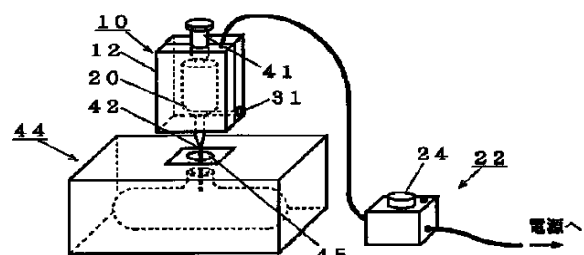
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 武井 泰典
愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内

(72)発明者 中谷 美孝
愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内

PAT-NO: JP410010104A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 10010104 A
TITLE: SYRINGE MEASURING DEVICE
PUBN-DATE: January 16, 1998

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TAKII, TADAOKI	
UEHARA, TAKASHI	
TAKEI, TAISUKE	
NAKATANI, YOSHITAKA	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SHIMADZU CORP	N/A
TOYOTA MOTOR CORP	N/A

APPL-NO: JP08186660
APPL-DATE: June 26, 1996

INT-CL (IPC): G01N030/18

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To eliminate the adsorption of a component of a high boiling point to an inner face of a syringe and use in any gas chromatograph (GC) by sucking a gas sample into the syringe heated by a heater and injecting the gas sample to a sample injection opening of the GC via a needle.

SOLUTION: A syringe 20 is first fixed to a main body case 12. A needle 42 is fitted at a front end part 28 and the syringe 20 is heated to a predetermined temperature by a heater via a temperature adjuster 22. In this state, a cock extension rod 31 is manipulated to open a cock 29 of the syringe 20, and the needle 42 is inserted to a septum 45 of a heat-retaining container 44 to suck a gas sample. When a predetermined amount of the sample is sucked, the cock 29 is closed, the needle 42 is pulled out, a syringe-measuring instrument 10 is moved in the state to a GC and the needle 42 is inserted to a sample injection opening of the GC. The extension rod 31 is manipulated to open the cock 29 of the syringe 20. A plunger extension rod 41 is then pressed to inject the gas sample to the GC.

COPYRIGHT: (C)1998,JPO